УДК 669.35'5:546.18.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ

Методы определения фосфора

ГОСТ 1652.13—77

Copper-zinc alloys.
Methods for the determination of phosphorus

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—07—01

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,005 до 0,1 %), экстракционно-фотометрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,002 до 0,04 %) в медно-цинковых сплавах по ГОСТ 15527, ГОСТ 17711 и ГОСТ 1020.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого фосфорнованадиевомолибденового комплекса и измерении его оптической плотности без предварительного отделения фосфора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

gost.e-ecolog.ru

Смесь кислот для растворения готовят смешиванием 400 $см^3$ соляной кислоты, 100 $см^3$ азотной кислоты и 500 $см^3$ воды.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний ванадиевокислый (мета) по ГОСТ 9336, готовят следующим образом: 2,5 препарата растворяют в 500—700 $см^3$ горячей воды в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$, охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 20 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, доливают до метки водой, перемешивают и фильтруют.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный из спиртового раствора, свежеприготовленный раствор 100 г/$дм^3$.

Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят следующим образом: 70 г препарата растворяют в 400 $см^3$ горячей воды и дважды фильтруют через один и тот же фильтр. К фильтрату добавляют 250 $см^3$ этилового спирта и после отстаивания в течение 1 ч выделившиеся кристаллы отсасывают и повторяют перекристаллизацию. После второго отсасывания кристаллы промывают 2—3 раза смесью спирта с водой (5:8) и высушивают на воздухе.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 и разбавленный 5:8.

Водорода перекись по ГОСТ 177, 30 %-ный раствор.

Медь высокой чистоты с содержанием фосфора не более 0,0002 %.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, 0,2 моль/$дм^3$ раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий фосфорнокислый однозамещенный.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный.

Раствор фосфора стандартный готовят следующим образом: 0,4395 г однозамещенного фосфорнокислого калия или 0,4586 г двузамещенного фосфорнокислого натрия, предварительно высушенных при 105 °С до постоянной массы, помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,0001 г фосфора.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 20 $см^3$ смеси для растворения. Стакан накрывают часовым стеклом. Вначале растворение производят без

нагревания, а после растворения основной массы навески — при нагревании до полного растворения пробы.

При анализе кремниевых сплавов навеску помещают в платиновую чашку и растворяют в 15 $см^3$ концентрированной азотной и 2 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Раствор выпаривают досуха, добавляют 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Выпаривание повторяют еще четыре раза, прибавляя каждый раз по 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Остаток растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, переносят раствор в стакан вместимостью 250 $см^3$, ополаскивают чашку небольшим количеством воды и прибавляют 5 $см^3$ соляной кислоты. Раствор нагревают до температуры 30—40 °С, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до появления фиолетового окрашивания и оставляют на 5 мин. Затем раствор нагревают до кипения, кипятят 1 мин и охлаждают до 30—40 °С.

К полученному раствору приливают 1 $см^3$ перекиси водорода, нагревают до кипения и кипятят 3 мин до удаления окислов азота (не следует допускать бурного и длительного кипения раствора во избежание потерь раствора и фосфора).

Обмывают стекло водой, приливают 10 $см^3$ раствора ванадиевокислого аммония, 10 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, хорошо перемешивают, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 см на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 434 нм или в кювете с толщиной слоя 1 см на спектрофотометре при длине волны 315 нм по отношению к раствору контрольной пробы

2.3.2. *Приготовление раствора контрольной пробы*

Берут такую навеску меди высокой чистоты, чтобы содержание меди в растворе было близко к ее содержанию в пробе, и растворяют в 20 $см^3$ смеси кислот. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.3.3. *Построение градуировочного графика*

В стаканы вместимостью по 250 $см^3$ помещают по 1 г чистой меди, приливают последовательно 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 $см^3$ стандартного раствора фосфора, прибавляют по 20 $см^3$ смеси кислот и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор, в который не добавляли раствор фосфора.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям фосфора строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю фосфора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса фосфора, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески сплава, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля фосфора	d, %	D, %
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0005	0,0007
Св. 0,005 » 0,01 »	0,001	0,0014
» 0,01 » 0,03 »	0,002	0,003
» 0,03 » 0,06 »	0,003	0,004
» 0,06 » 0,1 »	0,006	0,008

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

2.4.2, 2.4.3. **(Измененная редакция, Изм, № 2, 3).**

2.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.4.4.1, 2.4.4.2. **(Исключены, Изм. № 3).**

3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА ПО ЖЕЛТОЙ ФОСФОРНО-МОЛИБДЕНОВОЙ ГЕТЕРОПОЛИКИСЛОТЕ В СПЛАВАХ, СОДЕРЖАЩИХ МЫШЬЯК

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании фосфором желтого фосфорномолибденового комплекса при pH 1,5 экстрагируемого смесью хлороформа и н-бутилового спирта, и измерении оптической плотности экстракта.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1 и 1:2.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кристаллический фиолетовый, раствор 10 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 50 г/дм^3.

Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят, как указано в п. 2.2.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 и разбавленный 5:8.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006—78, перегнанный при 118 °С.

Хлороформ.

Смесь для экстракций; готовят следующим образом: смешивают н-бутиловый спирт и хлороформ в отношении 1:3.

Смесь для промывания, готовят следующим образом: к 500 см^3 воды прибавляют 120 см^3 азотной кислоты разбавленной 1:2, 30 см^3 раствора молибденовокислого аммония и 40 см^3 н-бутилового спирта.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Растворы фосфора стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,4395 г фосфорнокислого калия, высушенного при 105 °С, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г фосфора.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г фосфора.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для сплавов, не содержащих кремния и олова*

Массу навески сплава в зависимости от массовой доли фосфора (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 10—25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании.

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Масса навески пробы, г
До 0,01	2
Св. 0,01 до 0,04	0,4

После растворения пробы стенки и стекло обмывают водой, раствор кипятят до удаления окислов азота, разбавляют водой до 75 см³ и нейтрализуют аммиаком до pH 1,5, контролируя pH капельной пробой с раствором кристаллического фиолетового или по индикаторной бумаге. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³ и разбавляют водой до 100 см³. Добавляют 6 см³ раствора молибденовокислого аммония и оставляют на 10 мин. Добавляют 8 см³ н-бутилового спирта и энергично перемешивают для насыщения водного раствора спиртом, добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2, и перемешивают. Желтый комплекс фосфорномолибденовой кислоты экстрагируют 10 см³ смеси для экстракции, осторожно встряхивая 1 мин. После разделения фаз нижнюю органическую фазу переносят в другую делительную воронку.

К водной фазе снова добавляют 5 см³ смеси для экстракции и экстрагируют 1 мин. Экстракцию с 5 см³ смеси для экстракции повторяют еще раз. Последний экстракт должен быть бесцветным. Органический слой промывают в делительной воронке 50 см³ смеси для промывки, перемешивая 30 с. После раздела фаз нижний слой сливают в сухую мерную колбу вместимостью 25 см³, содержащую 0,2 г безводного сернокислого натрия, перемешивают и доливают до метки смесью для экстракции.

Оптическую плотность экстракта измеряют на фотоэлектроколориметре с фиолетовым или синим светофильтром (при длине волны 420—430 нм) в кювете с толщиной слоя 2 см или на спектрофотомет-

ре при длине волны 420 нм в кювете с толщиной слоя 1 см по отношению к раствору контрольной пробы.

3.3.2. *Для сплавов, содержащих кремний*

Массу навески (см. табл. 2) помещают в платиновую чашку и растворяют в смеси 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2—3 см^3 фтористоводородной кислоты при осторожном нагревании и выпаривают досуха. Ополаскивают стенки чашки 10 см^3 концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание досуха еще три раза, каждый раз добавляя по 10 см^3 концентрированной азотной кислоты.

К сухому остатку добавляют 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют соли и раствор переводят в стакан вместимостью 250 см^3. Чашку ополаскивают водой несколько раз по 10 см^3 и раствор кипятят до удаления окислов азота, затем разбавляют водой до 75 см^3 и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. *Для сплавов, содержащих олово*

Навеску сплава (см. табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 см^3, прибавляют 0,2 г хлористого натрия и растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. *Построение градуировочного графика*

В восемь стаканов вместимостью по 250 см^3 вводят 0; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 и 20,0 см^3 стандартного раствора Б, добавляют по 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до 75 см^3 и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

По найденным величинам оптических плотностей и соответствующим им содержаниям фосфора строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю фосфора (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса фосфора, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

3.4.2, 3.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Ю.Ф. Шевакин, М.Б. Таубкин, А.А. Немодрук, Н.В. Егиазарова (руководитель темы), А.И. Воробьева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.04.77 № 1062**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 1652.13—71**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—91	2.4.4, 3.4.4
ГОСТ 177—88	2.2
ГОСТ 1020—77	Вводная часть
ГОСТ 1652.1—77	1.1
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2
ГОСТ 3765—78	2.2, 3.2
ГОСТ 4166—76	3.2
ГОСТ 4198—75	3.2
ГОСТ 4233—77	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 6006—78	3.2
ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2
ГОСТ 9336—75	2.2
ГОСТ 15527—70	Вводная часть
ГОСТ 17711—93	Вводная часть
ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2
ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 3.4.4
ГОСТ 20490—75	2.2

5. **Постановлением Госстандарта от 28.12.92 № 1525 снято ограничение срока действия**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в октябре 1981 г., ноябре 1987 г., декабре 1992 г. (ИУС 12—81, 2—88, 3—93)**

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 1652.7—77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения висмута	1
ГОСТ 1652.8—77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения мышьяка	14
ГОСТ 1652.9—77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения серы	26
ГОСТ 1652.10—77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения алюминия	39
ГОСТ 1652.11—77 (ИСО 4742—84)	Сплавы медно-цинковые. Методы определения никеля	62
ГОСТ 1652.12—77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения кремния	75
ГОСТ 1652.13—77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения фосфора	83

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 29.07.97. Подписано в печать 16.09.97.
Усл.печ.л. 5,35. Уч.-изд.л. 4,97. Тираж 183 экз. С917. Зак. 144.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru